

ISSN 1907-2635  
82/Akred-LIPI/P2MBI/5/2007

Pengaruh Penambahan Unsur Zr Terhadap Pembentukan Fase Pasca  
Perlakuan Korosi Pada Bahan Bakar Paduan UZr  
(Masrukan, Agoeng Kadarjono)

## PENGARUH PENAMBAHAN UNSUR Zr TERHADAP PEMBENTUKAN FASE PASCA PERLAKUAN KOROSI PADA BAHAN BAKAR PADUAN UZr

**Masrukan, Agoeng Kadarjono**

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN, Serpong  
(Diterima 15 Juli 2009, disetujui 7 September 2009)

### ABSTRAK

**PENGARUH PENAMBAHAN UNSUR Zr TERHADAP PEMBENTUKAN FASE PASCA PERLAKUAN KOROSI PADA BAHAN BAKAR PADUAN UZr.** Telah dilakukan penentuan fase pada paduan UZr akibat penambahan unsur Zr pasca perlakuan korosi pada bahan bakar UZr dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X. Awalnya, paduan U-Zr dengan komposisi Zr berturut-turut 2, 6, 10 dan 14% menerima perlakuan *quenching* dan korosi dalam media uap air pada temperature 100 °C dan waktu 140 jam. Selanjutnya pengujian dilakukan terhadap fase yang terbentuk dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X. Penambahan unsur Zr, perlakuan *quenching* dan korosi menyebabkan terbentuknya fase baru yang akan mempengaruhi unjuk kerja bahan bakar UZr. Pengujian dengan menggunakan difraksi sinar-X dilakukan pada sudut 2 $\theta$  antara 20° hingga 100°. Hasil pengujian menunjukkan bahwa pada paduan UZr dengan kadar Zr sebesar 6, 10 dan 14% terdapat fase berturut-turut:  $\alpha$ -U,  $\gamma$ U,  $\delta$ -U, ZrO<sub>2</sub>, UO<sub>2</sub> dan ZrH<sub>2</sub>, sedangkan pada paduan UZr dengan kadar Zr sebesar 2% terdapat fase  $\alpha$ -U,  $\gamma$ U dan ZrH<sub>2</sub> (tanpa ZrO<sub>2</sub> dan UO<sub>2</sub>).

**KATA KUNCI:** paduan UZr, perlakuan panas, korosi, fase, difraksi sinar-X

### ABSTRACT

**THE EFFECT OF Zr ELEMENT ADDITION ON PHASES FORMATION OF POST CORROSION TREATMENT OF UZr ALLOY FUEL.** Phases determination of UZr alloys resulting from addition of Zr element post corrosion treatment has been performed using XRD technique. At the beginning, UZr alloys with Zr compositions of 2, 6, 10 and 14% underwent quenching and corrosion testing in steam at a temperature of 100 °C for 140 hours. Subsequently, the phases formed were studied using XRD technique. The addition of Zr element, the quenching treatment and the corrosion testing have resulted in the formation of new phases which will influence the UZr fuel performance. The XRD analysis is conducted at 2 $\theta$  angle in between 20° and 100°. The results show that for UZr alloys with Zr content of 6, 10 and 14%, phases of  $\alpha$ -U,  $\gamma$ U,  $\delta$ -U, ZrO<sub>2</sub>, UO<sub>2</sub> and ZrH<sub>2</sub> are observed, while for UZr alloys with Zr content of 2%, phases of  $\alpha$ -U,  $\gamma$ U, ZrO<sub>2</sub>, UO<sub>2</sub> and ZrH<sub>2</sub> are observed.

**FREE TERMS:** UZr alloy, heat treatment, corrosion, phase, X-ray diffraction

## I. PENDAHULUAN

Pengembangan bahan bakar baru untuk reaktor riset terus dilakukan guna mendapatkan bahan yang bakar berdensitas tinggi. Beberapa jenis paduan uranium dapat coba dikembangkan sebagai bahan bakar baru, seperti paduan U-Mo, U-Zr, U-Zr-Nb dan lain-lain.

Kegiatan pengembangan bahan bakar reaktor riset dewasa ini terutama ditujukan untuk mencari jenis bahan bakar baru yang mempunyai densitas tinggi guna menggantikan bahan bakar uranium pengkayaan tinggi – HEU ( $>20\%$   $^{235}\text{U}$ ) dengan bahan bakar uranium pengkayaan rendah – LEU ( $<20\%$   $^{235}\text{U}$ ). Salah satu bahan bakar yang sedang dikembangkan di PTBN-BATAN adalah bahan bakar untuk reaktor riset dari paduan UZr, selain paduan uranium silisida (USi) dan uranium molibdenum (UMo).

Pembuatan paduan U-Zr dilakukan dengan menggunakan teknik pemaduan, yaitu peleburan logam U dan Zr di dalam tungku peleburan busur listrik dalam media argon serta berpendingin air. Paduan U-Zr yang terbentuk sampai menjadi bahan bakar dikenai beberapa tahapan perlakuan, yakni perubahan ingot U-Zr menjadi serbuk U-Zr, pembuatan komposit bahan bakar, dan proses fabrikasi menjadi rakitan elemen bakar. Di dalam reaktor, bahan bakar nuklir mengalami proses korosi yang diakibatkan oleh kondisi bahan bakar di dalam kelongsong, seperti adanya gas produk fisi dan kemungkinan terjadinya kebocoran kecil pada kelongsong yang dapat mengakibatkan masuknya air pendingin sehingga terjadi korosi. Bruno et al.<sup>[1]</sup> telah menunjukkan bahwa dalam pembuatan serbuk UZrNb yang dipasivasi akan terbentuk lapisan oksida pada permukaan serbuk sehingga serbuk lebih tahan korosi. Proses korosi akan menghasilkan berbagai jenis produk korosi, seperti senyawa, fase, oksida dan hidrida<sup>[2]</sup>. Senyawa maupun fase tersebut pada akhirnya akan mempengaruhi unjuk kerja bahan bakar di dalam reaktor. Untuk mengetahui kondisi tersebut, dalam penelitian ini dilakukan simulasi dengan cara memanaskan paduan U-Zr di dalam media uap jenuh.

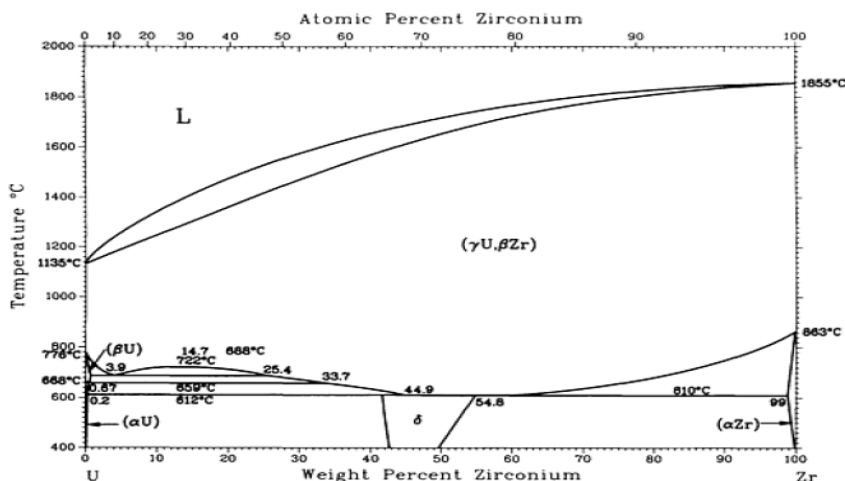
Pada penelitian ini dilakukan percobaan untuk mengidentifikasi fase atau senyawa yang kemungkinan muncul akibat dari penambahan unsur Zr dan pasca perlakuan korosi paduan U-Zr dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X. Dari penelitian ini, diharapkan dapat diketahui gambaran dari senyawa atau fase yang dapat terbentuk akibat penambahan unsur Zr dan proses korosi.

## II. TEORI

### 2.1. Paduan U-Zr

Paduan U-Zr merupakan paduan yang terbentuk berdasarkan reaksi eutektik seperti ditunjukkan pada Gambar 1. Penambahan unsur Zr ke dalam logam U akan memperbaiki ketahanan korosi paduan U-Zr yang terbentuk. Dari Gambar 1, dapat dilihat bahwa kelarutan Zr dalam U terbatas, yaitu sebesar 0,4; 0,26; dan 0,17 % atom masing-masing pada temperatur 660, 630 dan 550 °C. Mengacu pada diagram fase di Gambar 1, terdapat beberapa fase yang terjadi pada reaksi atau transformasi fase antara logam U dan Zr yang tergantung dari komposisi dan temperaturnya. Fase-fase yang dapat terbentuk adalah<sup>[3,4]</sup>:

- Fase  $\alpha$ -U dengan struktur kristal *hexagonal closed packed* (hcp)
- Fase  $\beta$ -U dengan struktur kristal heksagonal kompleks
- Fase ( $\gamma$ -U,  $\gamma$ -Zr) dengan struktur kristal *body centered cubic* (bcc)
- Fase  $\delta$ -U dengan struktur kristal heksagonal



Gambar 1. Diagram fase U-Zr<sup>[4]</sup>

## 2.2. Proses Korosi

Korosi dapat diartikan sebagai penurunan kualitas suatu bahan yang disebabkan oleh serangan kimiawi dari lingkungan sekitarnya. Oleh karena korosi disebabkan oleh reaksi kimia, maka laju korosi bergantung pada beberapa faktor, diantaranya temperatur, konsentrasi pereaksi dan bahan awal. Selain itu, faktor-faktor lain seperti tegangan mekanik dan erosi juga berpengaruh pada laju korosi.

Bentuk korosi dapat bermacam-macam, antara lain: korosi merata, korosi galvanik, korosi sumuran, korosi celah, korosi retak tegang (*stress corrosion cracking*), korosi akibat pengaruh hidrogen (*hydrogen-induced corrosion*), korosi batas butir, *selective leaching* dan korosi erosi<sup>[3]</sup>.

Korosi merata terjadi secara serentak di seluruh permukaan logam. Oleh karena itu, pada logam yang mengalami korosi merata akan terjadi pengurangan dimensi yang relatif besar per satuan waktu. Korosi galvanik terjadi apabila dua logam yang tidak sama dihubungkan dan berada di lingkungan korosif. Salah satu dari logam tersebut akan mengalami korosi, sedangkan logam lainnya akan terlindungi dari serangan korosi. Logam yang mengalami korosi adalah logam yang memiliki potensial lebih rendah dan logam yang tidak mengalami korosi adalah logam yang memiliki potensial yang lebih tinggi. Korosi sumuran merupakan korosi lokal yang terjadi pada permukaan yang terbuka akibat pecahnya lapisan pasif. Terjadinya korosi sumuran ini diawali dengan pembentukan lapisan pasif di permukaan bahan pada antar muka lapisan pasif dan elektrolit terjadi penurunan pH, sehingga terjadi pelarutan lapisan pasif secara perlahan-lahan dan menyebabkan lapisan pasif pecah dan terjadi korosi sumuran. Korosi celah adalah korosi lokal yang terjadi pada celah di antara dua komponen. Mekanisme terjadinya korosi celah ini diawali dengan terjadi korosi merata di luar dan di dalam celah, sehingga terjadi oksidasi logam dan reduksi oksigen. Apabila oksigen (O<sub>2</sub>) di dalam celah telah habis sedangkan oksigen (O<sub>2</sub>) di luar celah masih banyak, maka akibatnya permukaan logam yang berhubungan dengan bagian luar menjadi katode dan permukaan logam di dalam celah menjadi anode sehingga terbentuk celah yang terkorosi. Korosi retak tegang, korosi retak fatik, dan korosi akibat pengaruh hidrogen adalah bentuk-bentuk korosi dimana bahan mengalami

retak akibat pengaruh lingkungan. Korosi retak tegang terjadi pada paduan logam yang mengalami tegangan tarik statis di lingkungan tertentu, seperti baja tahan karat yang sangat rentan terhadap lingkungan klorida panas. Korosi batas butir adalah bentuk korosi yang terjadi pada paduan logam akibat terjadinya reaksi antar unsur logam di batas butir. Sementara itu, *selective leaching* adalah korosi yang terjadi pada paduan logam karena pelarutan salah satu unsur paduan yang lebih aktif, seperti yang biasa terjadi pada paduan tembaga-seng. Mekanisme terjadinya korosi *selective leaching* diawali dengan terjadinya pelarutan total terhadap semua unsur. Salah satu unsur pepaduan yang memiliki potensial lebih tinggi akan terdeposisi, sedangkan unsur yang potensialnya lebih rendah akan larut ke dalam elektrolit. Akibatnya, terjadi keropos pada logam paduan tersebut.

### 2.3. Difraksi Sinar-X: Hukum Bragg

Apabila suatu bahan dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang direfleksikan oleh kisi kristal lebih rendah dari sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam bahan tersebut.

Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada pula yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan inilah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merupakan perumusan matematis tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Pada Gambar 2, diperlihatkan empat berkas sinar-X yang didifraksikan oleh bidang kristal dengan jarak antar bidang  $d'$ . Terlihat sinar 1 dan 1a yang menumbuk atom-atom pada titik K dan P pada bidang A dihamburkan ke segala arah dalam ruang. Hanya berkas dalam arah 1' dan 1a' yang sefase karena perbedaan lintasannya antar muka gelombang XX' dan YY' adalah<sup>[6]</sup>:

$$QK - PR = PK \cos \theta - PK \cos \theta = 0 \quad (1)$$

Untuk sinar 1 dan 2 yang dihamburkan oleh atom-atom K dan L, perbedaan lintasan sinar 1 K1' dan 2 L2' adalah:

$$ML + LN = d' \sin \theta + d' \sin \theta + d' \sin \theta = 2 d' \sin \theta \quad (2)$$

Perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X menurut hukum Bragg harus merupakan kelipatan panjang gelombang, yaitu :

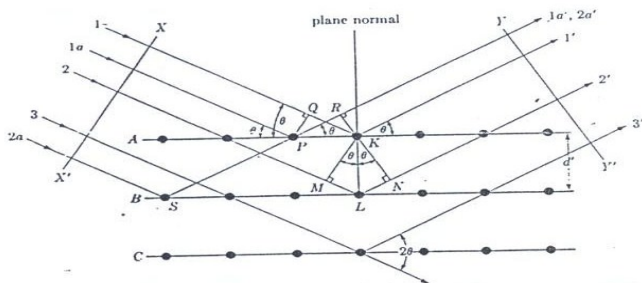
$$n \lambda = 2 d' \sin \theta \quad (3)$$

dimana  $n$  adalah bilangan bulat 1, 2, 3, ...;  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X;  $d'$  adalah jarak antar bidang; dan  $\theta$  adalah sudut difraksi. Untuk harga  $\lambda$  dan  $d'$  yang konstan, terdapat beberapa sudut difraksi:  $\theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4$  yang berhubungan dengan  $n = 1, 2, 3, \dots$ . Hukum Bragg dapat dituliskan dalam bentuk lain:

$$n \lambda / 2d' = \sin \theta \quad (4)$$

Oleh karena  $\sin \theta < 1$ , maka  $n \lambda < 2 d'$ . Untuk difraksi sinar-X,  $n \lambda > 2 d'$ . Secara umum, difraksi orde  $n$  dari bidang (h k l) dengan jarak antar bidang  $d'$  dapat dianggap sebagai difraksi orde 1 dari bidang (nh nk nl) yang berjarak  $d = d'/n$ . Oleh sebab itu, hukum Bragg dapat dituliskan sebagai:

$$\lambda = 2 d \sin \theta \quad (5)$$



Gambar 2. Skema difraksi sinar-X oleh atom-atom<sup>[5,6]</sup>

### III. TATA KERJA

Sampel paduan U-Zr berbentuk lingkaran dengan diameter 150 mm dan ketebalan 50 mm serta variasi komposisi yakni 2, 6, 10, dan 14% Zr diberikan perlakuan berupa *quenching*. Proses dilakukan di dalam tungku dengan cara memanaskan U-Zr pada temperatur 800 °C selama 4 jam, kemudian dimasukkan ke dalam air. Setelah *quenching*, sampel diberi perlakuan uji korosi dengan cara memanaskan di dalam media uap air pada temperatur 100 °C selama 140 jam. Peralatan pemanasan untuk pengujian korosi dilengkapi dengan sistem refluks agar selama pengujian tidak diperlukan penambahan air. Sampel yang telah mengalami *quenching* dan korosi selanjutnya dipotong-potong menjadi berukuran 10 mm × 5 mm, dibingkai dan dihaluskan dengan menggunakan amplas dari *grit* 120 sampai 1200, dan dipoles dengan menggunakan pasta alumina. Setelah sampel dihaluskan, selanjutnya uji dilakukan dengan menggunakan alat difraktometer sinar-X untuk mengetahui fase atau senyawa yang terbentuk. Pengujian dilakukan dari sudut 20° hingga 100°. Skema alur penelitian ditampilkan pada Gambar 3.

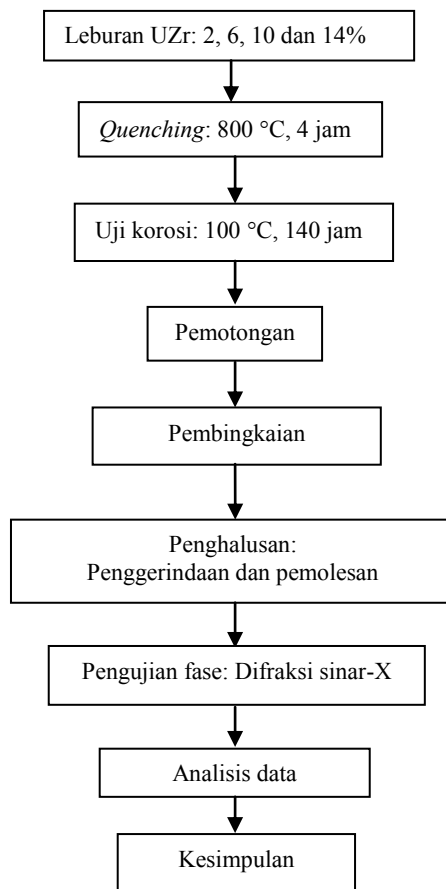
### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pemeriksaan fase dengan menggunakan difraksi sinar-X dilakukan untuk menentukan fase yang ada di dalam paduan U-Zr yang telah mengalami *quenching* dan pengujian korosi. Untuk menentukan fase yang muncul, terlebih dahulu dihitung jarak antar bidang ( $d$ ), dimana nilai  $d$  ditentukan dari besarnya parameter kisi dan indeks Miller ( $hkl$ ) yang ada. Setelah nilai  $d$  diketahui, selanjutnya dihitung sudut yang mungkin muncul menggunakan rumus:  $\lambda = 2 d \sin \theta$  <sup>[5,6]</sup>. Dari perhitungan sudut yang muncul tersebut selanjutnya dicocokkan dengan kurva pola difraksi untuk masing-masing paduan U-Zr yang dihasilkan dari percobaan, sehingga fase yang ada dapat ditentukan. Hasil pengujian ditampilkan pada Gambar 2 – 5, sedangkan perhitungan sudut  $2\theta$  dan fase yang muncul ditampilkan dalam Tabel 1.

Dari hasil perhitungan dan didasarkan pada Gambar 4 sampai 7 dan Tabel 1, terlihat bahwa untuk sampel UZr dengan kandungan Zr masing-masing sebesar 6, 10 dan 14% terdapat fase  $\alpha$ -U,  $\delta$ -U,  $\gamma$ -U, ZrH<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> dan UO<sub>2</sub>, sedangkan untuk sampel dengan kandungan 2% Zr terdapat fase  $\alpha$ -U,  $\delta$ -U,  $\gamma$ -U dan ZrH<sub>2</sub> (tidak terdapat ZrO<sub>2</sub> dan UO<sub>2</sub>).

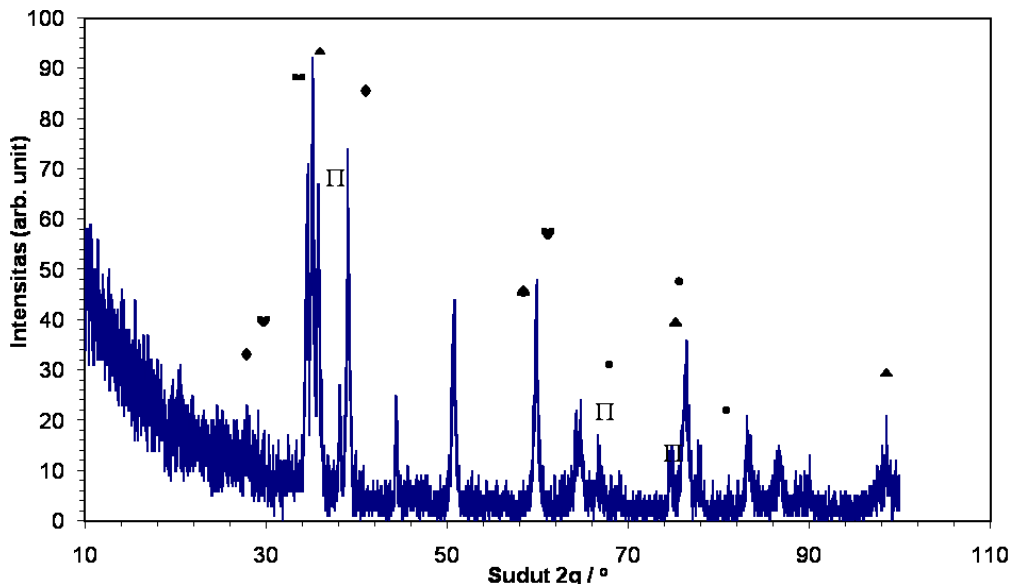
Fase  $\alpha$ -U muncul berturut-turut pada sudut 34, 35 dan 39° dengan  $hkl$  masing-masing sebesar 110, 021 dan 11; fase  $\delta$ -U muncul berturut-turut pada sudut 46, 60 dan 76° dengan  $hkl$  masing-masing sebesar 001, 211 dan 300; fase  $\gamma$ -U muncul pada sudut 2 $\theta$  berturut-turut sebesar 36,54; 65,768 dan 77,648°; dan fase ZrO<sub>2</sub> muncul berturut-turut pada sudut sebesar 34, 35 dan 60°. Sementara itu, fase ZrH<sub>2</sub> muncul berturut-turut pada sudut 59, 76 dan 98°, dan fase UO<sub>2</sub>

muncul berturut-turut pada sudut 28, 55 dan 46°. Banyak sedikitnya fase atau senyawa yang terdapat pada setiap sampel dapat dilihat dari besarnya intensitas yang muncul dari masing-masing sampel tersebut. Pada Tabel 1 dapat dilihat besar intensitas pada masing-masing sampel. Dari hasil tersebut juga dapat dilihat bahwa semakin besar kandungan Zr di dalam paduan UZr semakin banyak terbentuk oksida zirkonium ( $\text{ZrO}_2$ ), sedangkan oksida  $\text{UO}_2$  yang terbentuk semakin sedikit. Hal ini dapat dilihat dari besarnya intensitas sinar yang muncul. Bertambahnya oksida zirkonium yang melapisi permukaan akan menaikkan ketahanan korosi paduan UZr. Dari pengukuran berat pada UZr sebelum dan sesudah *quenching* dan korosi, dapat diketahui bahwa pembentukan oksida  $\text{ZrO}_2$  ternyata menaikkan berat sampel dibandingkan sebelum korosi<sup>[7]</sup>. Keadaan ini menunjukkan bahwa serangan korosi semakin berkurang pada paduan UZr yang terlapisi dengan  $\text{ZrO}_2$ .

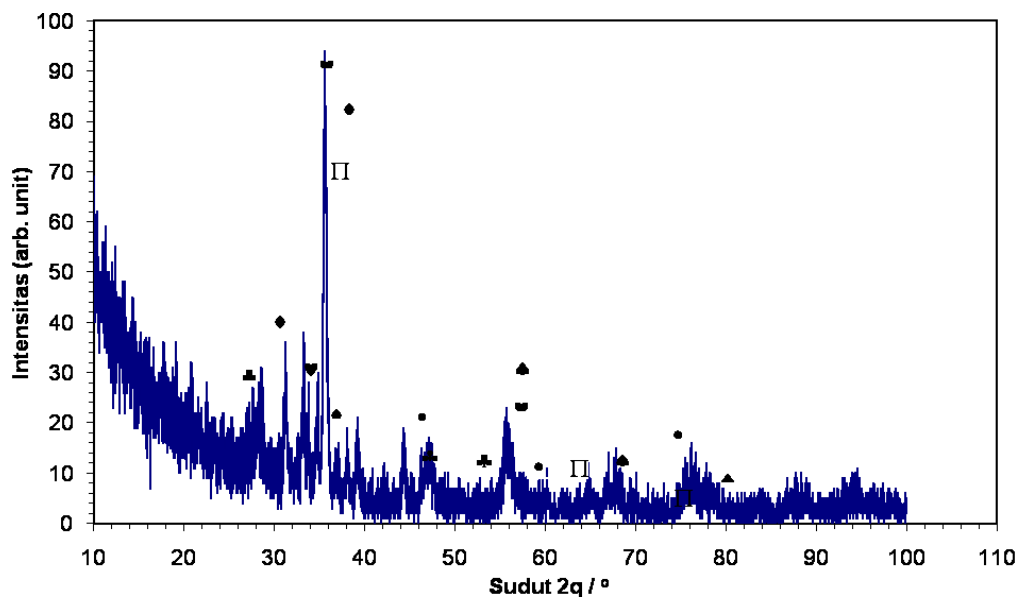


Gambar 3. Skema alur penelitian

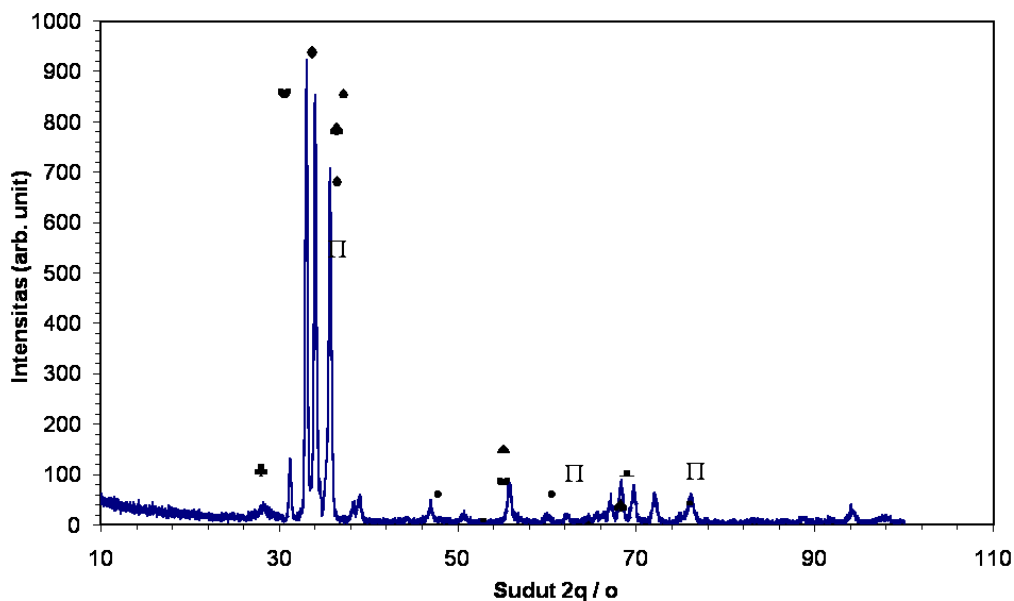
Selain itu, dari hasil percobaan juga dapat dikatakan bahwa *quenching* akan mengubah fase pada UZr yang semula  $\alpha$ -U dan  $\delta$ -U menjadi  $\gamma$ -U. Proses *quenching* yang dilakukan dengan cara memanaskan pada temperatur satu fase (fase  $\gamma$ -U) mengakibatkan atom-atom berada dalam fase  $\gamma$ -U dan pada *quenching* atom-atom akan terjebak sehingga tidak sempat berdifusi, sehingga pada akhirnya tetap berada dalam fase  $\gamma$ -U. Oleh karena itu, paduan U-Zr tetap berada dalam fase  $\gamma$ -U. Hasil ini sesuai dengan diagram fase U-Zr seperti pada Gambar 1. Pada proses lanjutan yakni pengujian korosi, semua sampel dipanaskan dalam media uap jenuh pada temperatur 100 °C selama 140 jam, sebagian sampel uji akan mengalami oksidasi membentuk oksida dan hidrida. Oksida yang terbentuk berupa  $ZrO_2$  dan  $UO_2$  yang berada di bagian luar dan melapisi bagian permukaan paduan U-Zr, sedangkan hidrida yang terbentuk adalah  $ZrH_2$ . Senyawa oksida  $ZrO_2$  dan  $UO_2$  dapat terbentuk disebabkan oleh atom oksigen dari peruraian  $H_2O$  yang dipanaskan dan bereaksi dengan logam U dan Zr dalam keadaan panas, sedangkan atom hidrogen hasil peruraian  $H_2O$  bereaksi dengan logam Zr membentuk hidrida  $ZrH_2$ . Apabila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya, untuk paduan U-2Zr, U-6Zr, U-10Zr dan U-14 Zr yang tidak mendapat perlakuan *quenching* maupun korosi, masing-masing paduan U-Zr tersebut mengandung fase  $\alpha$ -U dan  $\delta$ -U dengan kandungan  $\delta$ -U yang meningkat seiring dengan meningkatnya kandungan Zr<sup>[7]</sup>. Dengan demikian, penambahan unsur Zr dan *quenching* yang diikuti dengan uji korosi mengakibatkan terbentuknya fase / senyawa baru dalam bentuk oksida dan hidrida.



Gambar 4. Pola difraksi paduan U-2Zr yang diberi perlakuan *quenching* dan korosi

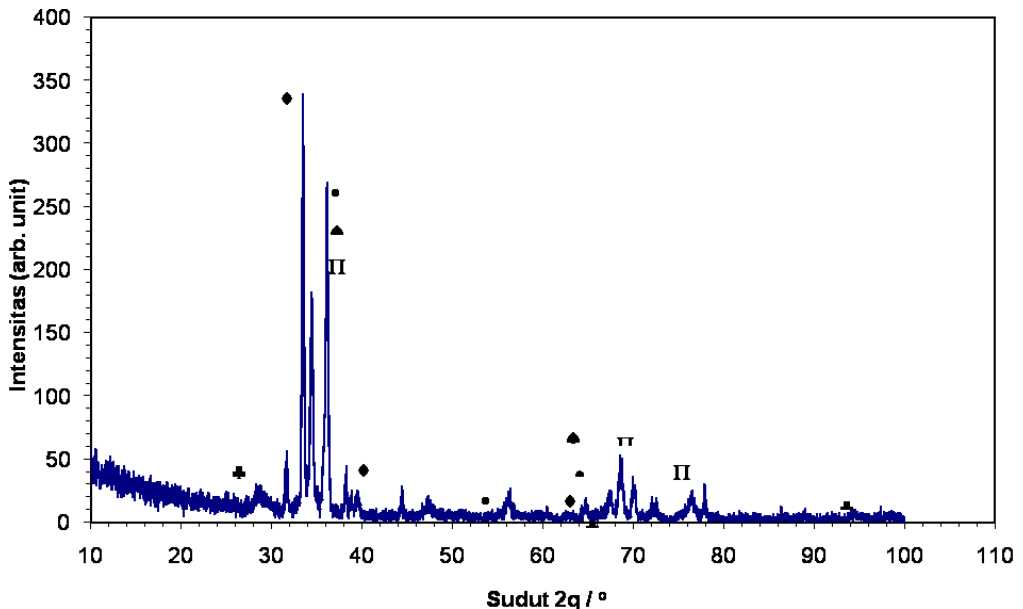


Gambar 5. Pola difraksi paduan U-6Zr yang diberi perlakuan *quenching* dan korosi



Gambar 6. Pola difraksi paduan U-10Zr yang diberi perlakuan *quenching* dan korosi





Gambar 7. Pola difraksi paduan U-14Zr yang diberi perlakuan *quenching* dan korosi

Keterangan Gambar 4 – 7:

♦ = Fase  $\alpha$ , ♥ = Fase  $\text{ZrO}_2$ , • = Fase  $\delta$ , ▲ = Fase  $\text{ZrH}_2$ , ♣ = Fase  $\text{UO}_2$ , dan II = Fase  $\gamma$

## V. KESIMPULAN

Dari hasil pengujian fase dengan menggunakan difraksi sinar-X pada penambahan unsur Zr ke dalam paduan U-Zr yang diberi perlakuan *quenching* dan korosi dapat dilihat terbentuknya beberapa fase/senyawa. Fase/senyawa yang dapat diidentifikasi dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X pada paduan UZr dengan kandungan Zr sebesar 6, 10 dan 14% adalah:  $\alpha$ -U,  $\delta$ -U,  $\gamma$ -U,  $\text{ZrH}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  dan  $\text{UO}_2$ , sedangkan untuk kandungan 2% Zr terdapat fase  $\alpha$ -U,  $\delta$ -U,  $\gamma$ -U dan  $\text{ZrH}_2$  (tidak terdapat  $\text{ZrO}_2$  dan  $\text{UO}_2$ ). Semakin tinggi kandungan Zr di dalam paduan UZr yang telah mengalami *quenching* dan korosi, maka semakin tinggi jumlah oksida Zr ( $\text{ZrO}_2$ ) yang terbentuk, sedangkan jumlah oksida uranium ( $\text{UO}_2$ ) semakin berkurang.

## VI. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada Bapak Slamet P. dan Bapak Yatno D.A.S. yang telah membantu dalam percobaan ini.

## VII. DAFTAR PUSTAKA

1. BRUNO, et al., "Methodology of UZrNb Alloy Powder Passivation Obtained by Hydride-Dehydride Process", International Nuclear Atlantic Conference-INAC, Santos, Brazil, 29 September – 5 October, 2007.
2. Kenneth, "Korosi: Untuk Mahasiswa dan Perekayasawan", Longman, United Kingdom, 1988.

3. ASM Metal Hand Book: Corrosion, 9<sup>th</sup> ed., Vol.13, Ohio, USA.
4. ICVANOV, O.S., “Phase Diagrams of Uranium Alloys”, Amerind Publishing, New Delhi, 1983.
5. CULLITY, “Elements of X-Ray Diffraction”, Addison-Wesley, USA, 1978.
6. SLAMETO, “Pelatihan Difraksi Sinar-X”, Laboratorium Teknik Mesin, ITB, Bandung, 1985.
7. MASRUKAN, dkk., “Pengembangan Paduan UZr sebagai Bahan Bakar Reaktor Riset”, Laporan Teknis Hasil-Hasil Penelitian, PTBN-BATAN, Serpong, 2008.
8. MASRUKAN, “Analisis Kualitatif dengan Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X pada Pembentukan Fase Paduan U-Zr”, Jurnal URANIA, Vol.14, No.2, 2008.

## LAMPIRAN

Tabel 1. Hasil perhitungan sudut  $2\theta$ , intensitas sinar dan fase yang muncul

No	Sampel	Sudut $2\theta$	Intensitas (%)	Indeks Miller (hkl)	Fase
1	U-2Zr	34, 35, 39	56,72; 9,63; 6,77	110, 021, 111	$\alpha$ -U
2	U-6Zr	34, 35, 39	21,09; 100; 15	110, 021, 111	$\alpha$ -U
3	U-10Zr	34, 35, 39	98,47; 78,45; 4,32	110, 021, 111	$\alpha$ -U
4	U-14Zr	34, 39, 64	49,31; 78,21; 4,52	110, 021, 111	$\alpha$ -U
6	U-2Zr	36, 65, 77	75,6; 22,75; 14,32	110, 211, 220	$\gamma$ -U
7	U-6Zr	36, 65, 77	100; 5,02; 9,06	110, 211, 220	$\gamma$ -U
8	U-10Zr	36, 65, 77	78,45; 1,66; 4,58	110, 211, 220	$\gamma$ -U
9	U-14Zr	36, 65, 77	78,21; 4,01; 4,57	110, 211, 220	$\gamma$ -U
10	U-2Zr	64, 76, 83	19,1; 32,64; 15,71	300, 301, 112	$\delta$ -U
11	U-6Zr	46, 60, 64	10,98; 3,39; 5,13	111, 220, 300	$\delta$ -U
12	U-10Zr	46, 60, 76	4,2; 1,26; 4,52	111, 220, 301	$\delta$ -U
13	U-14Zr	36, 56, 64	78,21; 4,16; 4,01	001, 201, 300	$\delta$ -U
14	U-2Zr	34, 35	-	-	-
15	U-6Zr	34, 35, 60	56,72; 75; 43,64	002, 200, 311	ZrO <sub>2</sub>
16	U-10Zr	34, 35, 60	21,09; 100; 3,39	002, 200, 311	ZrO <sub>2</sub>
17	U-14Zr	34, 55, 60	98,47; 78,45; 1,26	002, 200, 311	ZrO <sub>2</sub>
18	U-2Zr	59, 76, 98	43,64; 32; 6,77	112, 211, 114	ZrH <sub>2</sub>
19	U-6Zr	55, 79, 67	15,93; 5,13; 16,1	112, 220, 202	ZrH <sub>2</sub>
20	U-10Zr	59, 62, 68	6,57; 1,26; 1,03	112, 211, 103	ZrH <sub>2</sub>
21	U-14Zr	36, 67, 68	78,21; 5,58	110, 202, 202	ZrH <sub>2</sub>
22	U-2Zr	-	-	-	-
23	U-6Zr	28, 55, 46	11,59; 15,93; 10,98	111, 311, 220	UO <sub>2</sub>
24	U-10Zr	28, 55, 68	2,48; 6,57; 8,88	111, 311, 400	UO <sub>2</sub>
25	U-14Zr	28, 68, 94	3,82; 12,27; 1,36	111, 311, 511	UO <sub>2</sub>

## A STUDY ON PREPARATION AND HYDRIDING OF $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> AND $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>

Hadi Suwarno

Center for Technology of Nuclear Fuel – BATAN, Serpong

(Received June 17, 2009; approved October 5, 2009)

### ABSTRACT

#### A STUDY ON PREPARATION AND HYDRIDING OF $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> AND $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>.

The mechanism of the synthetic formation of  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> has been studied. Mechanical alloying of Mg and Al powders with the atomic ratio of Mg:Al = 2:3 in toluene solution yields  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> compound after milling for 30 h. The  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> can be formed by heating the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> at 430 °C under high vacuum. The measured hydrogen capacities of  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> as hydrided at 300 °C are 3.2 and 4.9 wt%, respectively. Microstructure of the Mg-Al specimen shows that on hydriding at 300 °C the polygonal shape of the  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> changes into irregular shapes which are composed of  $\gamma$ -MgH<sub>2</sub> and Al.

FREE TERMS: mechanical Alloying, Mg-Al compounds, hydriding

### ABSTRAK

**STUDI PENYIAPAN DAN HIDRIDING  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> DAN  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>.** Mekanisme pembuatan  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> dan  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> telah dipelajari. Pemaduan mekanik serbuk Mg dan Al dengan perbandingan atomik Mg:Al = 2:3 dalam larutan toluena menghasilkan senyawa  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> setelah penggerusan selama 30 jam.  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> dapat terbentuk dengan pemanasan  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> pada suhu 430 °C dalam vakum tinggi. Kapasitas hidrogen terukur dari  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> dan  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> terhidrisasi pada suhu 300 °C adalah berturut-turut 3,2 dan 4,9% berat. Mikrostruktur dari spesimen Mg-Al menunjukkan bahwa sewaktu hidriding pada suhu 300 °C bentuk poligonal dari  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> berubah menjadi tak beraturan yang terdiri dari  $\gamma$ -MgH<sub>2</sub> dan Al.

KATA KUNCI: pemaduan mekanik, senyawa Mg-Al, hidriding

## I. INTRODUCTION

One promising alternative to fossil fuels is hydrogen. Through its reaction with oxygen, hydrogen releases energy explosively in heat engines or quietly in fuel cells.

Hydrogen storage in the form of solid metal hydrides may make it possible to store larger quantities of hydrogen in smaller volumes at low pressure and at temperatures close to room temperature, compared to that in the form of gaseous storage in cylinders. It is also possible to achieve greater volumetric storage densities than liquid hydrogen because the hydrogen molecule is dissociated into atomic hydrogen within the metal hydride lattice structure.

Magnesium and its derived alloys are looked upon as promising candidates of hydrogen storage material due to their high theoretical storage capacity (7.6 wt%), light weight

and low cost. However, they require high temperature over 300 °C to show preferable hydrogen absorption and desorption properties because of the poor absorption/desorption kinetics. For practical application, it is necessary to improve the hydrogen reaction kinetics and lower the working temperature<sup>[1-5]</sup>.

Synthetic alloying of the  $\text{Mg}_2\text{Ni}$  compound using a high energy ball milling and hydriding the compound into  $\text{Mg}_2\text{NiH}_4$  were achieved by the present authors<sup>[6,7]</sup>. Examination results indicate that approximately 96 wt% of the  $\text{Mg}_2\text{Ni}$  compound can be obtained from the individual constituents after 30 hours of milling in toluene solution, which was used to protect the metals from oxidation.

Following the success of the  $\text{Mg}_2\text{Ni}$  preparation by mechanical alloying, its application to the Mg-Al system has been examined, here in regards to the formation of  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  and  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ . Andreasen et al.<sup>[8]</sup> prepared the Mg-Al alloys using an Edmund Buhler arc melting furnace. Their experimental results showed that  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  compound can be produced from approximately 5 g mixture of magnesium and aluminum in stoichiometric atomic ratio. The Mg-Al alloys have attracted considerable attention since the alloys absorb hydrogen up to about 3.02 – 4.44 wt%. In the present study, a high energy mechanical alloying method is used instead of the arc melting to obtain the  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  compound. Heat treatment of the  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  powder at 430 °C under high vacuum has been conducted to convert the powder into  $\gamma$ - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ . The mechanism of  $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  and  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  formations during the mechanical alloying and heat treatment as well as their hydrogen absorption properties have been studied and are presented in this paper.

## II. EXPERIMENTAL

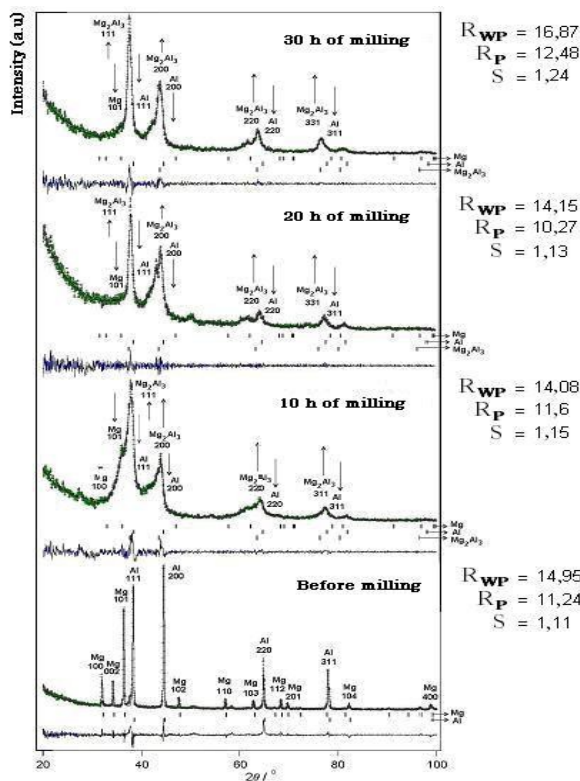
The milling experiment was performed using a SPEX 8000 type high energy ball mill (HEM) with the specifications as follows: 4500 rpm at normal blending speed, 90 minutes of running time, and 30 minutes of off time. The materials used in this experiment were magnesium powder (99.5% purity, metal basis, particle size < 325 mesh or < 44  $\mu\text{m}$ ) and aluminum powder (99% purity, metal basis, particle size < 200 mesh or < 74  $\mu\text{m}$ ). About 15 g of a mixture of Mg and Al powders with an atomic ratio of Mg:Al = 3:2 is milled with balls and then poured into a vial (dia. 51 mm and length 76 mm). The ball to specimen ratio by weight is 8:1 (ball dia. 12 mm). The milling was carried out for 10, 20, and 30 h each at room temperature under toluene solution.

Qualitative and quantitative analyses were conducted with an X-ray diffractometer (XRD) of Philip type PW1710, using Cu as the anode tube and  $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ . Continuous scanning was conducted at 0.02° step size and 0.5 second/step. The scanning results are analyzed by using *Rietveld method* developed by Fuji Izumi<sup>[9]</sup>. Hydrogen absorption is conducted in a Sievert's system that can be operated under high vacuum up to  $1 \times 10^{-7}$  mbar. About 2 – 3 g of  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  powder is put into the hydriding system and hydrided at 300 °C. To make  $\gamma$ - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ , about 5 g of  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  powder was placed inside the hydriding system evacuated at high vacuum, and annealed at a temperature of 430 °C for 1 h. A small part of the annealed powder was then analyzed in the XRD and the rest was hydrided at a temperature of 300 °C. The amount of hydrogen absorbed by the specimen was measured based on the alterations of pressure in the Sievert's system.

### III. RESULTS AND DISCUSSION

#### 3.1. Mechanism of the $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{Al}_3$ Formation

Figure 1 shows the XRD patterns of the Mg-Al specimen before milling and each after 10, 20 and 30 hours of milling. The XRD pattern before milling shows that the specimen consists of Mg and Al without traces of Mg-Al compound phases. After milling, the XRD patterns were changed, an indication that a new phase was formed. The XRD patterns show that the  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  phase grew to a considerable degree. Rietveld analyses also showed that the calculation results fit the experimental data, where the value of  $S$  (goodness of fit) is less than 1.3 which is the maximum value permitted according to Izumi. The rates of conversion were approximately 72, 91 and 96 wt% of metal after 10, 20 and 30 hours of milling, respectively. The mechanism of the  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{Al}_3$  formation has been attributed to mechanical processes as follows. During milling, the Mg and Al powders are periodically trapped among the steel balls that collide with each other resulting in the loss of crystalline state of metal powder, causing the transformation of metal to amorphous state and finally leading to plastic deformation. The Mg and Al powders will break into smaller particles which will stick together due to the cold welding to form a new compound.



### 3.2. Formation of $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>

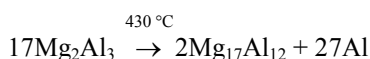
Figure 2 shows the XRD pattern for  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> after heat treatment at 430 °C. It is shown that the specimen has transformed from  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> into  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>. The highest peak for  $\gamma$ -phase can be identified at angle  $2\theta$  equal to 36°, corresponding to plane (411), followed by angle 40° at plane (332) and angle 65° at plane (721). The other crystal orientations identified at plane directions [h21], i.e. angle 31, 47 and 65° with the Miller indexes (321), (521) and (721), respectively, are suggested to be brought about due to milling and heating, though it should be proved later. The quantities of  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> and Al phases were estimated to be 61 wt% and 39 wt%, respectively.

Crivello et al. have also prepared the Mg-Al alloy with the atomic ratio of Mg:Al = 1:1 by mechanical alloying under vacuum using High Energy Nissin Giken Super-Misuni NEV 8<sup>[10]</sup>. His experimental results showed that after 5 h of ball milling and 3 h of heating at 100 °C, the Mg-Al powders were converted to 24.7 wt% of the  $\beta$ -phase and 75.3 wt% of the  $\gamma$ -phase.

In literature, Bouaricha et al. have also prepared the Mg-Al alloy using the SPEX 8000, shaker type mill<sup>[11]</sup>, which differs from the present experiment. According to them, before milling the Al powder was leached to avoid contamination with oxygen. In addition, Bouaricha selected ball to powder ratio at 10:1. His experimental results at various Mg-Al compositions showed that most of the specimens were converted to  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, except for the specimen with the atomic ratio of Mg:Al = 37:63, where mostly  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> was formed.

Unlike experiments by Andreasen et al., Crivello et al. and Bouaricha et al., the current experiment uses toluene, instead of argon, as the medium of milling. It is suggested that the presence of toluene avoids the overheat generation during milling process. Therefore, only  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> is formed.

The  $\beta$ - $\gamma$  transformation can be expressed by the following reaction:



Theoretically, the mass fraction of the  $\gamma$ -phase is 67 wt%, assuming the atomic masses of Mg and Al are 24.21 g/mol and 26.98 g/mol, respectively. The current experiment yields  $\gamma$ -phase by as much as 61%, an indication that almost all the  $\beta$ -phase has transformed into  $\gamma$ -phase.

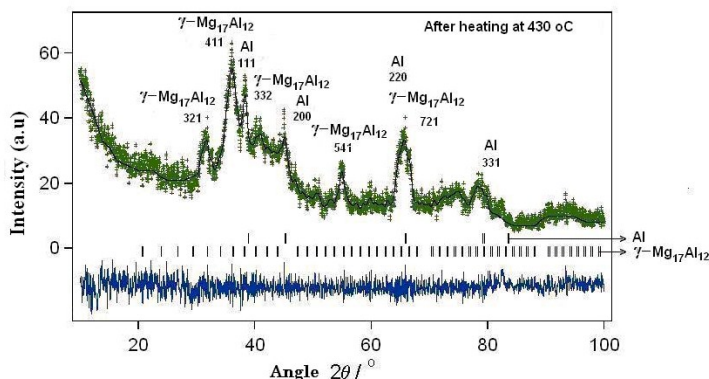


Figure 2. X-ray diffraction pattern of Mg:Al after 30 h of milling and heat treatment at 430 °C.

### 3.3. Hydriding of $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>

Figure 3 shows the results of hydriding  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> specimens. It is shown that the  $\beta$ -phase absorbed hydrogen up to 3.2 wt% and that the  $\gamma$ -phase up to 4.9 wt%. The difference in the hydrogen capacity between these compounds can be understood to be due to the fact that  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> contains less magnesium than  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>. These compounds have different plateau pressures, where the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> phase has a higher pressure than the  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phase.

Crivello et al. reported their experimental results that at the atomic ratios of Mg:Al = 50:50 and 58.6:41.4, the maximum hydrogen absorption capacities were 3.5 and 3.7 wt% (equal to 0.92 and 0.97 H/M normalized) respectively at a hydriding temperature of 350 °C<sup>[10]</sup>. In addition, they observed two sloping plateaux, an indication that the hydride formation was realized in a two-step process with the inflexion points at a relatively low pressure corresponding to 1.1 and 2.1 wt%.

Bouaricha et al. obtained the values of  $[H/M]_{\text{norm}}$  at a hydriding temperature of 400 °C which were equal to 1.69 and 1.81 for the atomic ratios of Mg:Al = 75:25 and 58:42, respectively<sup>[11]</sup>.

Compared to the Crivello et al. and Bouaricha et al.'s *P-c-T* diagrams, the present experiment presents higher plateau pressures, attributable to the fact that the experimental methods are different. Actually, Crivello et al. and Bouaricha et al. used higher pressures, while the current experiment was done at lower pressures.

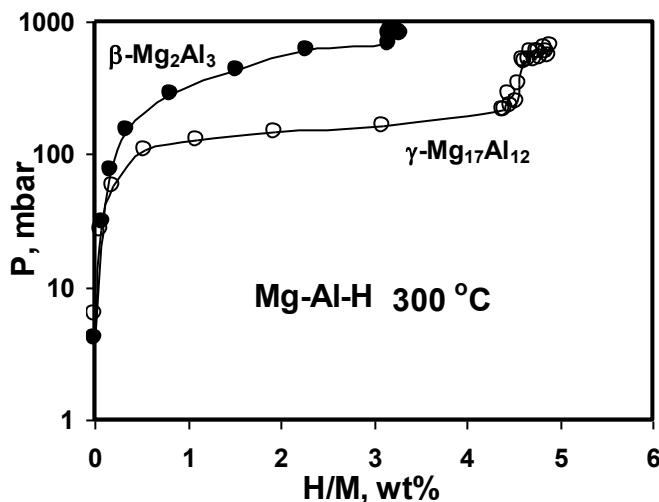


Figure 3. *P-c-T* isotherms at 300 °C for hydriding  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>.

Figure 4 shows the hydriding rates of both the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phases at 300 °C. The two curves show almost similar absorption lines before inflected at 3.15 wt% and 4.38 wt% for the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phases, respectively. The figure indicates that the specimens absorbed hydrogen very fast at the beginning before suddenly inflected into slow rates. The sharp inflexion occurred after approximately 170 seconds. Andreasen et al. reported that complete hydriding spent time for approximately 17 h with the total hydrogen uptake of



approximately 3.1 wt%<sup>[8]</sup>. Meanwhile, no information was reported about the hydriding rates by Crivello et al. and Bouaricha et al.

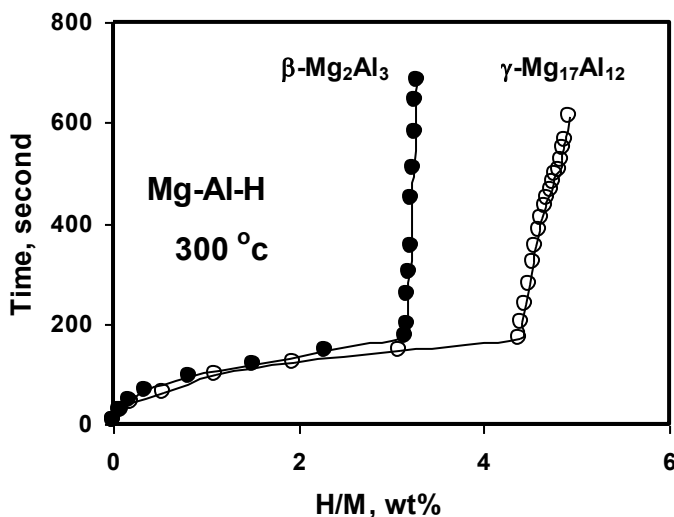
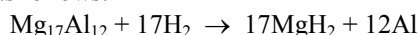


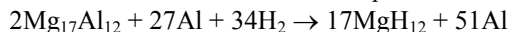
Figure 4. Hydriding rates of the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phases at 300 °C

### 3.4. XRD of the Hydriding Results

Figure 5 indicates the XRD pattern of  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> specimen hydrided at 300 °C. Referring to Figure 2 and 5, the mass fractions of  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> and  $\gamma$ -MgH<sub>2</sub> are evaluated to be 61 wt% and 39 wt%, respectively. The chemical reaction for the hydriding process of  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> can be described as follows:



Meanwhile, by taking into account the XRD pattern in Figure 2, the equation to describe the actual chemical reaction that occurred in the specimen is as follows:



The theoretical mass yield of  $\gamma$ -MgH<sub>2</sub> is 40 wt%, taking the atomic mass of H to be 1.0 g/mol, while the present result is 39 wt% or the hydrogen absorbed is about 3 wt%. Compared to the hydrogen capacities presented in the *P-c-T* diagram in Figure 3, i.e. 3.2 wt% for the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> phase and 4.9 wt% for  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, the calculation result is too low. It is probably due to the fact that not all the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> specimen was converted to  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>.

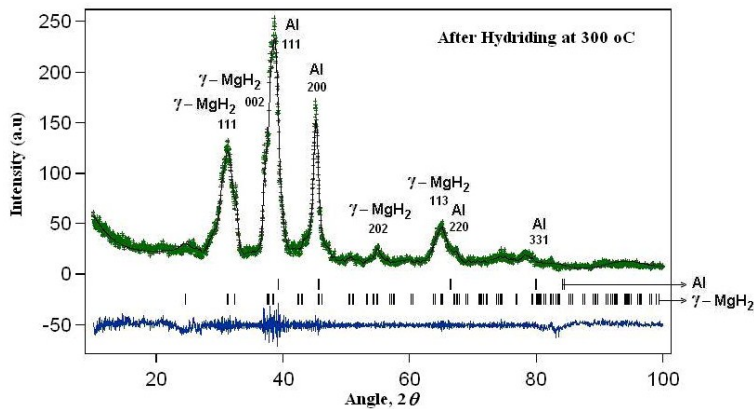
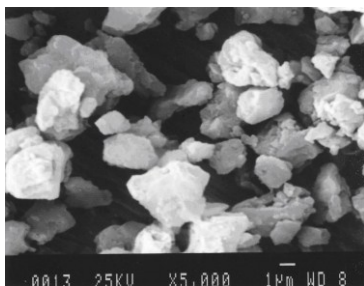


Figure 5. X-ray diffraction patterns of  $\gamma\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  hydrided at 300 °C. The  $\gamma\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  is transformed to  $\gamma\text{-MgH}_2$  and Al phases.

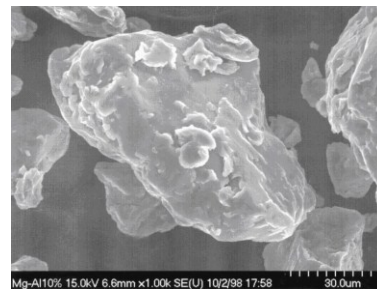
### 3.5. Microstructures of the Mg-Al Specimens

Microstructures of the specimens have been analyzed using a scanning electron microscope (SEM). Figure 6 shows the microstructure of (a) the  $\beta\text{-Mg}_2\text{Al}_3$  after 30 h of milling, together with those of (b) Bouaricha et al.<sup>[11]</sup> and (c) Crivello et al.<sup>[10]</sup>. The microstructure analyses show that the particle shapes are polygonal<sup>[12]</sup> with the varied particle sizes of 2 – 7  $\mu\text{m}$  distributed homogeneously on the surface of the specimens. Compared to the particles of Bouaricha et al. and Crivello et al., the present microstructure shows more uniform but larger particle sizes with polygonal structures.

Figure 7 shows the SEM photograph for the hydrided Mg-Al specimen. The change in the shape from polygonal to irregular indicates that the new phase  $\gamma\text{-MgH}_2$  has been formed.



(a)



(b)

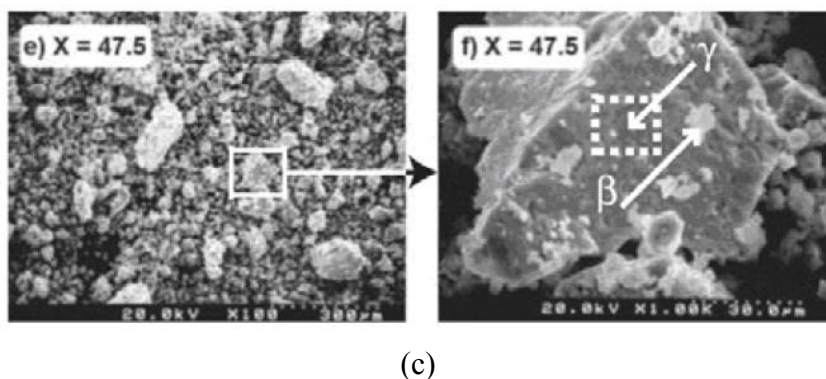


Figure 6. SEM photographs: (a) the Mg-Al specimen after 30 h milling of this study, (b) Bouaricha et al.[11], and (c) Crivello et al

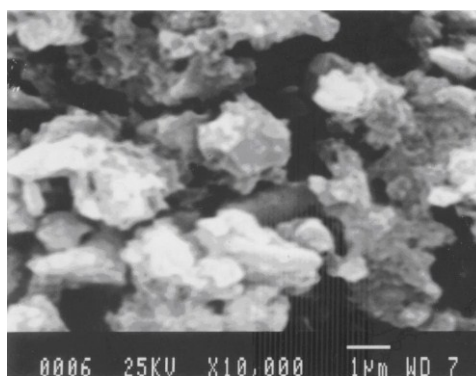


Figure 7. SEM photograph of the Mg-Al specimen after hydriding

#### IV. CONCLUSION

Syntheses of  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> have been carried out by means of mechanical alloying under toluene and then heat treatment, respectively. Their hydriding properties have been investigated. Almost all the Mg-Al powders can be synthesized into  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> phase after milling for 30 h. The  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phase can be obtained by heating the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> phase at 430 °C for 1 h under high vacuum. Surface morphology of the specimen was examined with SEM to reveal that the synthesized particles have a polygonal shape similar to the observation made by other researchers who used slightly different methods. Hydrogen capacities of the  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and  $\gamma$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> phases at 300 °C are 3.2 wt% and 4.9 wt%, respectively.

#### V. ACKNOWLEDGEMENT

The authors would like to express their great thanks to the State Minister of Research and Technology, KNRT, for the financial support under the Incentive Program, fiscal year 2008 and to PT. BATAN Teknologi for providing facilities and supports for this research

program. Thanks are also addressed to the Director of the Center for Nuclear Fuel Technology as well as the Director of the Center for Nuclear Industry Materials Technology, BATAN.

## VI. REFERENCES

1. ZALUSKA, A., ZALUSKI, L., and STROM-OLSEN, J.O., *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.228, 1999, p.217.
2. ARNASON, B., and SIGFUSSON, T.I., *Int. J. Hydrogen Energy*, Vol.25, 2000, p.389.
3. LIANG, G., HUOT, J., BOILY, S., NESTE, A.V., and SCHULTZ, R., *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.348, 2003, p.319.
4. UEDA, T.T., TSUKAHARA, M., KAMIYA, Y., and KIKUCHI, S., *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.386, 2005, p.253.
5. BUCHENER, H., and POVEL, R., *Int. J. Hydrogen Energy*, Vol.7, 1982, p.259.
6. SUWARNO, H., WISNU, A.A., and ANDON, I., “The X-Ray Diffraction Analyses on the Mechanical Alloying of the  $Mg_2Ni$  Formation”, *International Conference on Solid State Ionic Proceeding*, Jakarta, Indonesia, August 3 – 4, 2007.
7. SUWARNO, H., “Preparation and Characterization of  $Mg_2NiH_4$  for Hydrogen Storage Material”, *Journal of Material Science of Indonesia*, Special edition, December, 2008, p.177.
8. ANDREASEN, A., SORENSEN, M.B., MOLLER, B., MOLENBROEK, A.M., PEDERSEN, A.S., ANDREASEN, J.W., NIELSEN, M.M., and JENSEN, T.R., *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.404-405, 2005, p.323.
9. IZUMI, F., *Rietan Manual*, 1994. (Private communication)
10. CRIVELLO, J.C., NOBUKI, T., KATO, S., ABE, M., and KUJI, T., *Journal of Advanced Science*, Vol.19, 2007, p.88.
11. BOUARICHA, S., DODELET, J.P., GUAY, D., HOUT, J., BOILY, S., and SCHULZ, R., *J. Alloys Comps.*, Vol.297, 2000, p.282.
12. GERMAN, M.R., “*Powder Metallurgy Science*”, 2<sup>nd</sup> ed., Metal Powder Industries, New Jersey, 1994.

## INDEK SUBJEK

- $\gamma$ U, 83  
 $\alpha$ -U, 83  
 $\delta$ -U, 83  
Al-FeAl<sub>3</sub>, 14  
aliran panas, 15  
Al-NiAl<sub>3</sub>, 14  
analyzing boron and cadmium in thorium  
oxide, 82  
bahan bakar PHWR, 54  
bahan bakar U<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>, 13  
boron, 71  
cadmium, 71  
carrier energi, 41  
*Cumulated Annealing Parameter (CAP)*, 22  
daur bahan bakar nuklir, 2  
densitas serbuk, 12  
*Differential Thermal Analysis*, 13  
DUPIC, 3  
Electrodes, 72  
*electrorefining*, 2  
elektrolisis PEB U<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>-Al, 64  
elektrolit, 64  
fase  $\alpha$ -Zr, 26  
fase  $\alpha$ -U, 83  
fase  $\alpha$ -U, 84  
fase ( $\gamma$ -U,  $\gamma$ -Zr), 84  
fase Fe, 37  
Fase FeH, 32  
fase FeH bidang (101), 38  
fase Mg, 32  
Fe<sub>2</sub>Nb, 26  
Fe<sub>2</sub>Nb<sub>0,4</sub>Zr<sub>0,6</sub>, 26  
FeSn, 26  
fraksi massa, 36  
fuel cells, 94  
gagalan pelet sinter UO<sub>2</sub>, 53  
*green pellet*, 54  
hidrida logam sistem Mg-Fe, 39  
high energy ball mill (HEM), 95  
*High Energy Milling* (HEM), 31  
hukum Bragg, 23  
hydriding, 94  
hydriding of, 94  
hydrogen storage, 94  
*interim storage*, 2  
JCPDF (*Joint Committee Powder  
Diffraction File*), 21  
kelongsong AlMg<sub>2</sub>, 13  
kontaminan uranium, 64  
kristalinitas uranium oksida, 53  
logam U dan Zr, 84  
Luas permukaan spesifik, 12  
magnesium teraktivasi, 41  
*mechanical alloying*, 31  
mechanical Alloying, 94  
*mechanical milling*, 30  
*mesh ratio*, 31  
Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, 95  
Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>, 95  
Mg<sub>2</sub>Ni, 95  
Mg<sub>2</sub>NiH<sub>4</sub>, 95  
Mg-Al compounds, 94  
NbSn<sub>2</sub>, 26  
oksidasi UO<sub>2</sub>, 53  
oksidasi-reduksi, 2  
OREOX, 2  
**paduan alfeni**, 13  
paduan UZr, 83  
paduan Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe, 21  
Parameter kisi, 36  
PEB U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-Al, 65  
peleburan busur tunggal, 21  
pelet (UO<sub>2</sub>+ZrO<sub>2</sub>), 2  
pelet mentah, 54  
pelet UO<sub>2</sub>, 54  
*pemaduan mekanik*, 94  
penyimpanan energi hidrogen, 41  
perbandingan O/U, 54  
*Photoluminescence Spectroscopy*, 2  
pirokimia, 2  
pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-  
1%Fe) dianil pada 400 °C selama 2 jam,  
24

- pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 500 °C selama 2 jam, 25
- pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 600 °C selama 2 jam, 25
- Pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 700 °C selama 2 jam, 25
- pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) dianil pada 800 °C selama 2 jam, 26
- pola difraksi paduan (Zr-1%Nb-1%Sn-1%Fe) ingot, 24
- pola difraksi paduan U-10Zr, 90
- pola difraksi paduan U-14Zr, 91
- pola difraksi paduan U-2Zr, 89
- pola difraksi paduan U-6Zr, 90
- presipitat fase kedua, 21
- proses eletrolisis, 64
- proses hidriding, 41
- proses reoksidasi-reduksi bahan bakar nuklir, 1
- Quantitative analysis of B, 76
- Rangkaian alat elektrolisis gagal PEB U<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>-Al, 66
- rasio O/U, 12
- rasio O/U, 1
- reaksi termokimia, 13
- reaktor air didih (BWR), 22
- reaktor air ringan (*Light Water Reactor/LWR*), 22
- regangan mikro, 53
- saha equation, 77
- sample-carrying electrode, 71
- scanning electron microscopy* (SEM), 55
- Scherrer, 23, 55
- secondary phase precipitate – SPP*, 21
- SEM photographs, 101
- senyawa Mg-Al*, 94
- sistem Mg-Fe, 30
- Skema difraksi sinar-X, 87
- SnZr, 26
- termogram DTA bahan bakar U<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>, 17
- termogram DTA bahan bakar U<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>-Al, 18
- termogram DTA paduan AlFeNi, 16
- termogram DTA paduan AlMg<sub>2</sub>, 17
- thorax film, 72
- thorium, 72
- thorium oxide, 71
- thorium-232, 72
- U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>+ZrO<sub>2</sub>, 1
- ukuran sub-butir, 28
- ultra fine-grained*, 30
- UO<sub>2</sub>+ZrO<sub>2</sub>, 1
- UPCGRE, 73
- uranil (U<sup>6+</sup>), 2
- uranit (U<sup>4+</sup>), 2
- uranium molibdenum (UMo), 84
- uranium pengkayaan rendah – LEU, 84
- uranium pengkayaan tinggi – HEU, 84
- uranium silisida (USi), 84
- used primary cell graphite rod electrode, 71
- UZrNb, 84
- X-ray diffraction pattern of Mg:Al, 98
- X-ray diffraction patterns of Mg:Al, 96
- X-ray diffractometer (XRD), 95
- X-Ray Diffractometer (XRD)*, 32
- Zirlo (Zr-1%Nb-1%Sn-0,1%Fe), 22
- zona Brillouin, 26
- Zr<sub>0,68</sub>Nb<sub>0,25</sub>Fe<sub>0,8</sub>, 27
- ZrH<sub>2</sub>, 83
- ZrO<sub>2</sub>, 83
- ZrSn<sub>2</sub>, 26
- β-Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>, 96
- β-Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> and γ-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, 94
- β-γ transformation, 97
- γ-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, 97
- γ-MgH<sub>2</sub>, 99

---

## INDEK PENULIS

Agung Kadaryono .....	83
Andi Chaidir .....	21
Aslina Br. Ginting .....	13
Futichah .....	53
Ghaib Widodo .....	1, 64
Hadi Suwarno .....	30, 41, 94
Haryono S.W .....	1
M. Husna Al Hasa .....	13
M. Setyadji .....	1
Masrukan .....	83
Rahmiati .....	64
Ratih Langenati .....	53
Sahat Simbolon .....	71
Sigit .....	1
Sugondo .....	21
Triyono .....	1
Wisnu Ari Adi .....	30